

## РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГАФНИЯ В ЦИРКОНИЕВЫХ МАТЕРИАЛАХ

*Шафар О.Ю., Домбровская М.А., Лисиенко Д.Г.*

Уральский федеральный университет  
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Задача определения малых содержаний гафния в цирконии возникла в связи с применением последнего в качестве конструкционного материала в атомной энергетике. Ядра атомов этих элементов, имеющих близкие физико-химические, обладают существенно различающимися эффективными сечениями захвата нейтронов. Поэтому при использовании циркония в атомной энергетике необходим контроль содержания в нем гафния.

В практике заводских лабораторий для установления примесного состава циркония используют атомно-эмиссионный спектральный анализ с дуговым возбуждением спектра, основанный на явлении фракционной дистилляции. Для усиления эффекта фракционирования в окисленный материал вводят специальные буферизирующие добавки. Особенностью гафния является более высокая температура кипения его оксида, чем у оксида циркония, что не позволяет использовать для его определения существующую стандартизованную методику. При выборе условий спектры возбуждали в дуговом разряде, поддерживаемом генератором «Везувий». Для исследований использовали спектрометр средней дисперсии PGS-2, имеющий в качестве диспергирующего элемента плоскую дифракционную решетку и построенный по автоколлимационной схеме Эберта. Измерения проводили с применением многоканального анализатора эмиссионных спектров МАЭС (ООО «ВМК-Оптоэлектроника», г. Новосибирск), установленного в фокальной плоскости спектрометра и работающего с программным обеспечением «Атом 3.3».

В богатом спектре циркония трудно выделить линии аналита, свободные от наложений и имеющие высокую чувствительность. Этим условиям отвечает атомная линия гафния 286,637 нм. Для снижения случайной погрешности, связанной с влиянием условий возбуждения и подготовки к анализу пробы, в качестве аналитического сигнала следует использовать относительную интенсивность. В качестве элемента сравнения выбрали матричный элемент цирконий.

Для оптимизации условий анализа варьировали форму электрода, способ его заполнения и оценивали необходимость введения буфера. Установлено, что благоприятные условия испарения труднолетучего оксида гафния могут быть достигнуты только из электрода формы узкий кратер. При этом введение буфера не приводит к увеличению чувствительности анализа. Спектры регистрировали при силе переменного тока 20 А и времени экспонирования 30 с. Аналитический сигнал вычисляли по линиям Hf I (286,637 нм) и Zr I (282,981 нм).

Реализация таких условий позволила достичь весьма хорошего для дуговых разрядов значения относительного стандартного отклонения результатов, равного 2 % на нижней границе определяемого содержания гафния (0,02 %).